

CARACTERIZACIÓN DE NITRUROS EN UN ACERO AISI 1010



MX0100295

Carmen Naquid Gutiérrez
Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares
Gerencia de Ciencia de Materiales
Carretera México – Toluca. Km. 36.5
Salazar, Edo. de México

RESUMEN

Se caracterizó la formación de fases en el acero al carbono 1010 nitrurado en un reactor por plasma cercano al punto eutectoide. La microestructura e identificación de éstas se evaluó por Microscopía Óptica (OM), Dilatometría y Difracción de Rayos X (XRD)

1. INTRODUCCION

La nitruración es un procedimiento de endurecimiento superficial en el que por absorción de nitrógeno, se consiguen durezas extraordinarias en la periferia de las piezas de acero.

En los procesos industriales esas capas periféricas duras se forman cuando a la temperatura de nitruración ($\sim 500^{\circ}\text{C}$), se pone el nitrógeno atómico en contacto con la superficie del acero y se forman nitruros submicroscópicos en esta zona siendo éstos los que originan el aumento de dureza.

La acción endurecedora que éste ejerce sobre el hierro y el acero, fue descubierta por Fremy en 1861, cuando experimentaba la acción del amoniaco sobre la piezas calentadas a elevadas temperaturas.

En 1905, el francés Braune anunció que en sus trabajos había descubierto la existencia de un eutectoide formado por hierro y nitruro de hierro Fe_4N , en las

capas frágiles de los aceros nitrurados, que era parecido a la perlita. A este eutectoide se le llamó braunita.

La nitruración con post-descarga en un reactor por plasma es un método relativamente nuevo en el tratamiento de superficies que proporciona características únicas con respecto a otros procesos. Es conocido desde los años cuarenta.

Produce una mejora notable en las propiedades mecánicas y físico-químicas de las piezas de componentes de aplicación industrial, tales como: resistencia a la corrosión, resistencia mecánica al desgaste y fricción.

Durante el tratamiento post- descarga microondas de N_2 o $\text{N}_2 - \text{H}_2$, en el sólido se produce la cinética de crecimiento de nitruros con la concentración de nitrógeno atómico.

2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

2.1. Obtención de las muestras.

Las muestras fueron obtenidas de una barra acero al carbono 1010 (de 2.54 cm. de diámetro) y cuya composición química se muestra en la Tabla I. Éstas consistieron preferencialmente de cilindros cuya longitud fue de 50 mm y diámetro de 6 mm, lijadas en lijas abrasivas 240 pulidas y se lavaron con alcohol en una tina ultrasónica para retirar la rebaba y remover óxidos y la grasa para realizar los ensayos dilatométricos. Para los análisis de OM y XRD se obtuvieron discos de 3 mm de diámetro y 3 mm de espesor.

2.2. Nitruración por tratamiento post- descarga microondas.

La nitruración se llevó a cabo por tratamiento generado por un reactor de plasma. Este es creado por medio de un diodo de descarga eléctrica de doble alternancia. La densidad de la corriente varió de 0.5 a 3 mA / cm².

Inicialmente se calentaron las muestras a 770 °K en un flujo de gases de Ar- H₂ a una presión de 400 Pa. Posteriormente se generó una descarga de Ar- N₂-H₂ a la misma temperatura.

2.3. Análisis por Microscopía Óptica.

Se analizó la microestructura del material de llegada en el Microscopio Óptico a 375 X (Referirse a la Fig.1) y posteriormente la del material nitrurado (Fig. 2).

2.4 Ensayo dilatométrico.

El análisis dilatométrico fue realizado con el dilatómetro Theta automatizado. Las muestras se colocaron en el dilatómetro. Se elaboró previamente el perfil de temperatura para realizar los

ensayos. El rango de la temperatura de trabajo fue de la temperatura ambiental a 500°C, con una velocidad de calentamiento de 5 ° /min hasta 250°C y 30 min se mantuvo constante a esta temperatura. Posteriormente, se calentaron a 20°C /min hasta 350°C y durante 60 min se mantuvo constante. Finalmente, se elevó hasta 500°C con una velocidad de calentamiento de 10° /min y se mantuvo constante durante 60 min.

Se empleó el software Borland C para generar los ejecutables respectivos: programas de generación de perfil de prueba, control del dilatómetro y análisis de datos (PROGRAM.EXE, DIL.EXE y ANÁLISIS.EXE, respectivamente).

En la Fig. 3 (Gráfica J), se analizan cada una de las transformaciones de fase que experimentó el material dentro de este rango de temperatura.

2.5. Análisis por Difracción de Rayos X.

Se empleó el análisis por Difracción de Rayos X para la identificación de los nitruros que se formasen durante el tratamiento de nitruración.

El equipo utilizado es el Difractómetro SIEMENS D5000. Se hizo un barrido de 2 θ de 20° a 120° a una velocidad de 0.05°.

La Fig. 4 muestra el patrón de difracción del material nitrurado, en el entendimiento de que cada una de las reflexiones (2 θ) de las familias de planos del material que están en posición de difractar el haz de Rayos X, satisfaciendo la relación de Bragg, corresponden a las fases que están presentes.

3. ANÁLISIS DE RESULTADOS

Si se analiza el material de llegada de la Fig. 1, se observa una estructura formada por cristales claros correspondientes a la fase ferrítica y los oscuros a la perlítica únicamente. Contiene en solución pequeñas cantidades de Si, P, Mn y S en diferente proporción. En el acero se forma una solución sólida con la ferrita o hierro α , el Ni, Mn, Cu, Si y Al.

Al analizar, con ayuda del OM, en la Fig. 2, se tiene la microestructura de una sección transversal del acero 1010 nitrurado. En la superficie de la muestra se observa la formación de una capa periférica blanca constituida por $Fe_{2-3}N$ (fase ϵ) donde tiene lugar la precipitación de nitruros a lo largo de las fronteras de grano de la zona ferrítica, preferencialmente. A temperaturas un poco abajo del eutectoide, el nitrógeno forma solución sólida con el hierro α . Inmediatamente se observa otra capa formada por los constituyentes ($\epsilon + \gamma'$). Avanzando hacia el centro del material, sigue una capa oscura correspondiente a la fase γ' en la que predomina el constituyente Fe_4N y posteriormente se encuentra la de hierro α con nitruro Fe_4N . Finalmente aparece la zona central sin alterar.

Desde el punto de vista dilatométrico, se muestra el calentamiento progresivo de la muestra en la Fig.3 (Gráfica J), marcándose una continua dilatación desde la temperatura ambiente hasta 240°C. En este punto existe posteriormente una contracción que indica la iniciación de la fase ϵ la cual se precipita y se nuclea en la matriz ferrítica.

Como consecuencia de las bajas temperaturas a las que se forma, los

microconstituyentes del nitruro ϵ son extremadamente pequeños, por lo que en este rango de temperatura de la curva dilatación - temperatura, se registra una contracción del material.

Al continuar con el calentamiento, la microestructura consiste ahora de ferrita α y nitruro ϵ . y en el siguiente intervalo de temperatura ($\sim 250^\circ C$ a $450^\circ C$) está presente la fase γ' .

La Fig.4 muestra el patrón de difracción donde se identifican plenamente las fases o nitruros. La fase γ' que cristaliza en el sistema cúbico formada por nitruros de elementos aleados y la fase ϵ que cristaliza en el sistema hexagonal.

4. CONCLUSIONES

Por medio del tratamiento de nitruración por post-descarga microondas ha sido posible evaluar las capas compactas ϵ $Fe_{2-3}N$ y $\gamma'Fe_4N$ en el acero al carbono 1010.

En la nitruración tanto la fase ϵ como la γ' han sido precipitadas en la matriz ferrítica.

Después de la nitruración, se consiguen durezas elevadas que no se obtienen por otros procedimientos de endurecimiento superficial.

Los aceros resisten mejor la acción corrosiva del agua dulce, del agua salada, vapor o atmósferas húmedas.

Como en el tratamiento de nitruración no es necesario enfriar las piezas rápidamente, desde alta temperatura, en agua o en aceite, se evitan los graves inconvenientes de los enfriamientos rápidos que pueden dar origen a deformaciones importantes.

Este método promete ser de gran utilidad para la industria, ya que permite, además de proteger las piezas de baja aleación, hacerlas más resistentes a los esfuerzos.

AGRADECIMIENTOS

A Felipe Juárez G., María Juana Medina y Thelma Falcón B. del ININ, por su apoyo técnico y al ITESM- CEM por su apoyo en la nitruración de las muestras.

BIBLIOGRAFÍA

1. K. H. Jack, Proc. R. Soc., A 208(1951), 216- 223.
2. H. Du. Division of Physical Metallurgy. August 24, 1993. A Reevaluation of the Fe- N and Fe- C- N Systems.
3. M. Palacios te al, Sur. And Coat. Technol, Vol. 76, 1995, p. 557.
4. Liev Chang and E. j. Mittemeijer, Met. Trans, 21 A (1990), 13.

TABLA I

COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL ACERO

Acero 1010 AISI	C (0.11), Mn (0.36), P (0.02) y S (0.016) wt
------------------------	---

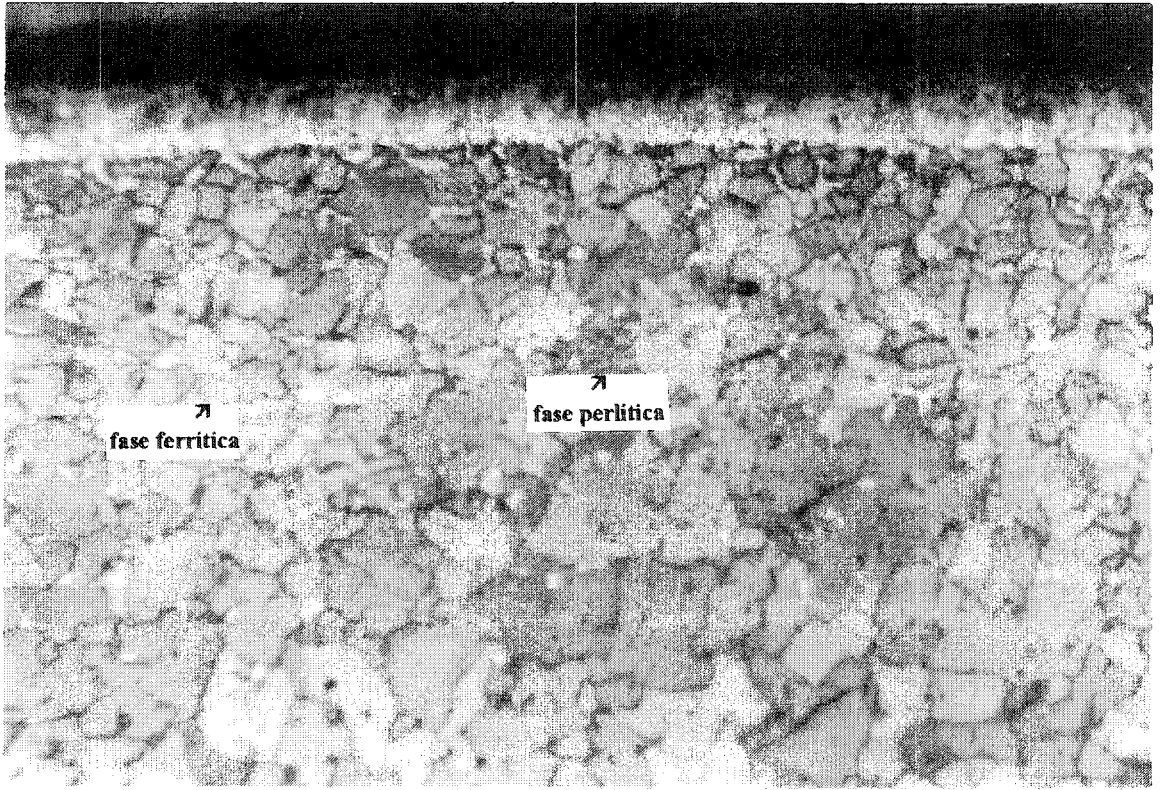


Fig. 1. Microestructura del acero 1010 sin nitrurar. 375 X.

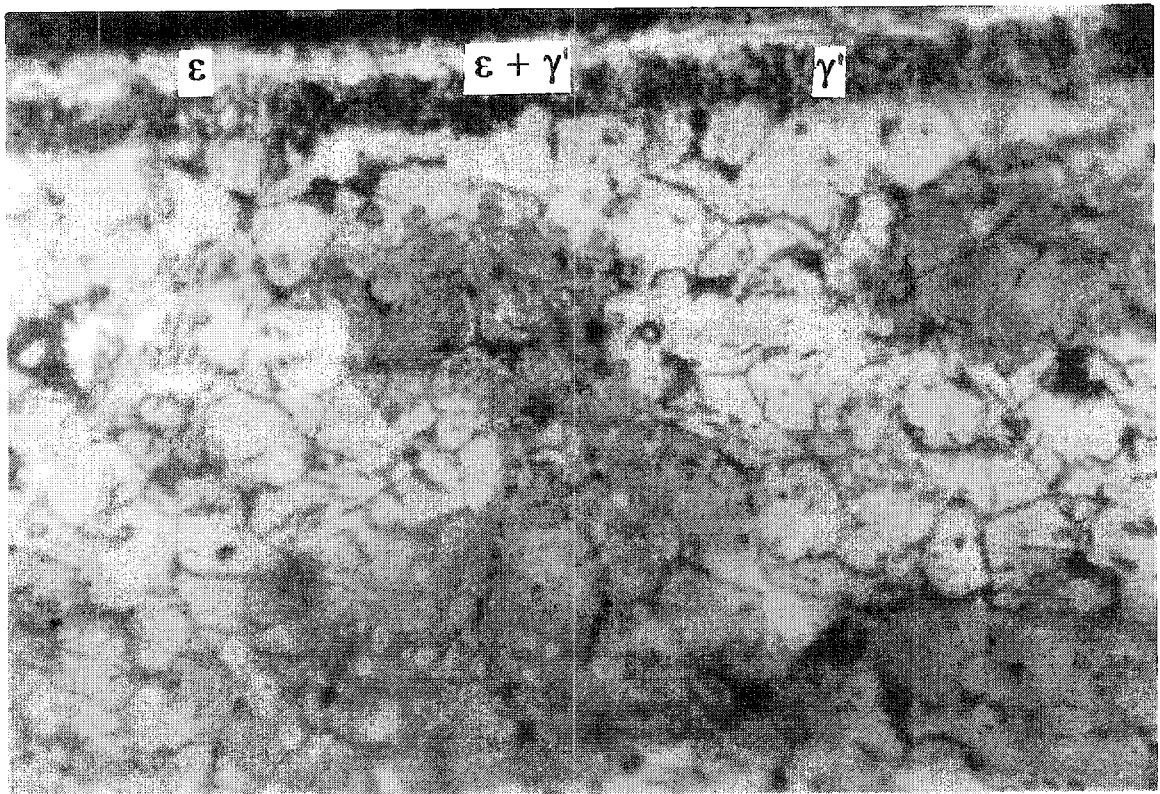


Fig. 2. Microestructura del acero 1010 nitrurado. 375 X.

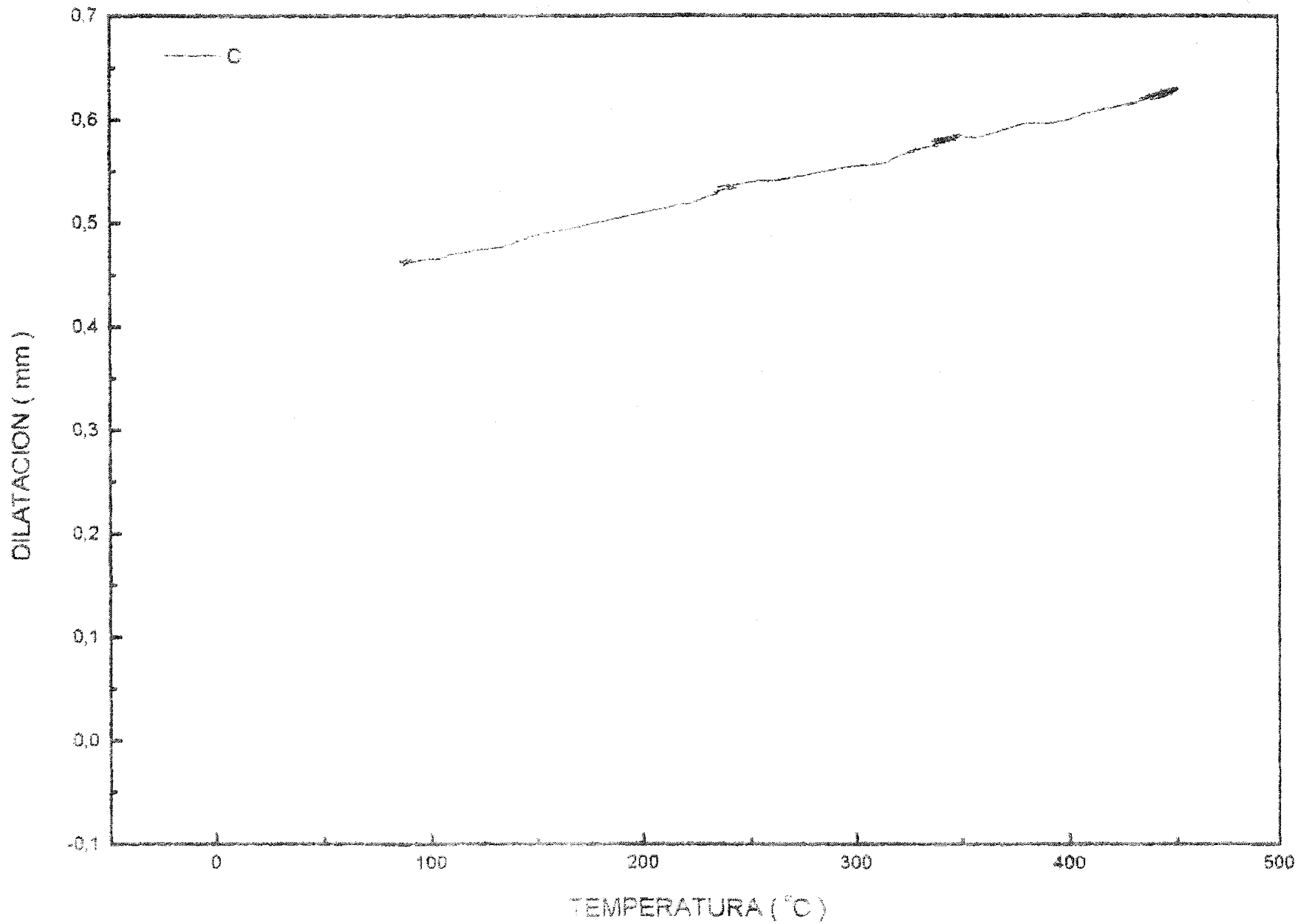
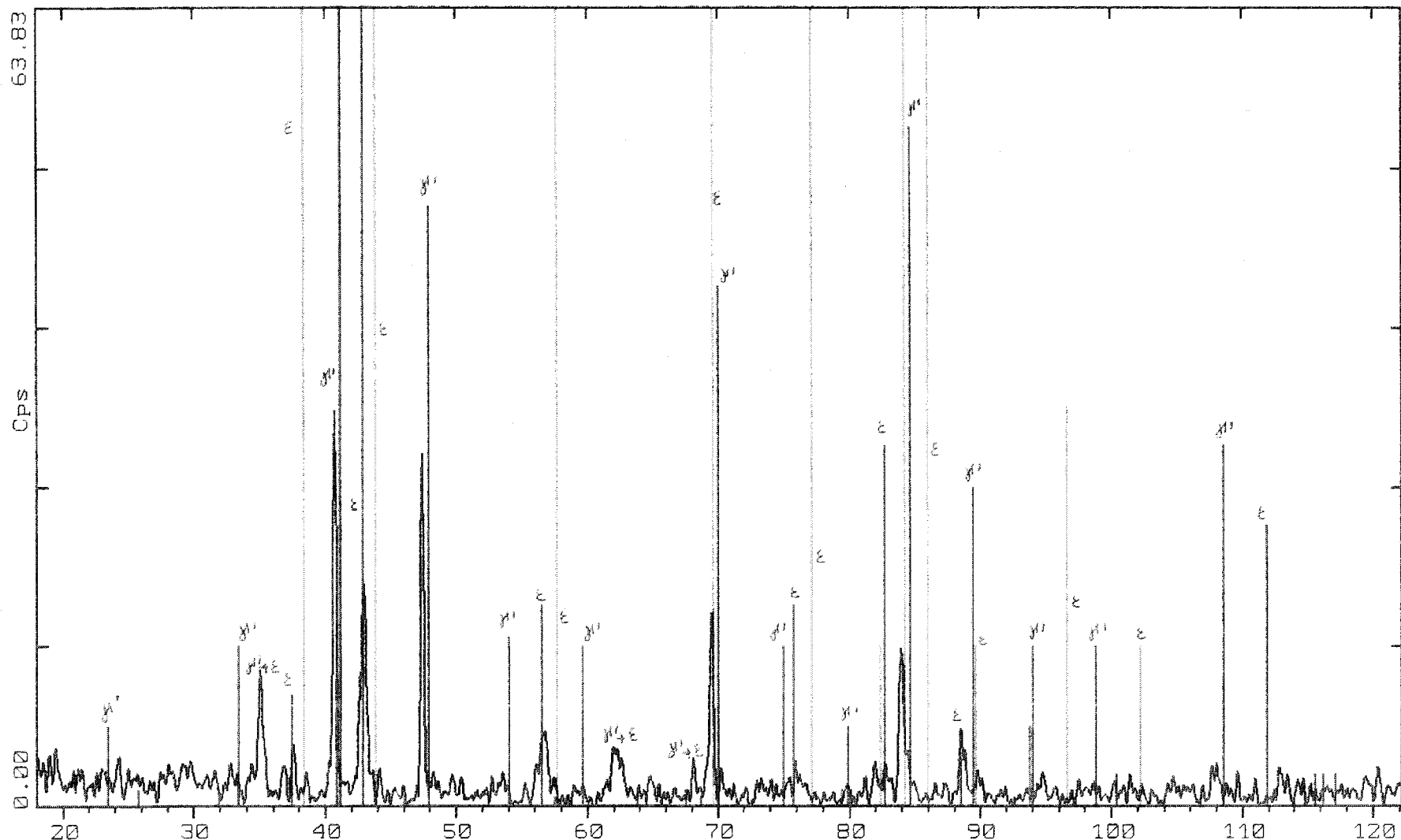


Fig. 3. Ensayo dilatométrico del acero 1010 nitrurado.



C:\USERDATA\NAQUID\PROBET3.RAW C:\USERDATA\NAQUID\PROBET3 (CT: 0.8s, SS:0.050dg, WL: 1.5406
 6-0627 I Fe4N Roaldite, syn(WL: 1.5406Ao)
 6-0625 Fe3N Iron Nitride(WL: 1.5406Ao)
 6-0655 Fe2N Iron Nitride(WL: 1.5406Ao)

Fig. 4. Patrón de difracción correspondiente al acero 1010 nitrado.

**TITULO : CARACTERIZACION DE UN TUBO DE ACERO INOXIDABLE
SA-358 TP 304 CL-QC DE LA CENTRAL LAGUNA VERDE**

SUBTITULO : METALOGRAFIA Y MICRODUREZA VICKERS

AUTOR : LUIS ZAMORA RANGEL

ANTECEDENTES

El acero inoxidable austenítico (AISI 304) forma parte del sistema de tubería de recirculación y de otros componentes de la Central Laguna Verde (CLV). La selección de esta aleación se basa en su resistencia mecánica y su resistencia a la corrosión, lo cual es fundamental para las uniones soldadas de las tuberías.

Muchas de las fallas de tuberías de acero inoxidable austenítico han ocurrido en la zona afectada por el calor debido a procesos de corrosión intergranular, que en presencia de esfuerzos inducen el crecimiento de grietas intergranulares. Para prevenir la posibilidad de que esto suceda, es conveniente realizar una evaluación de la zona afectada por el calor (ZAC) en cuanto a su microestructura y propiedades mecánicas a través de pruebas de microdureza.

En este estudio se hace una evaluación de la microestructura y microdureza del material base, de la zona afectada por el calor y de la soldadura del acero inoxidable austenítico correspondiente a un tubo clasificado como SA-358 TP 304 CL-QC de la Central Laguna Verde.

OBJETIVO :

El objetivo de este estudio es evaluar las características microestructurales del metal base, zona afectada por el calor y soldadura del acero inoxidable austenítico SA-358 TP 304 CL-QC que se emplea en la Central Laguna Verde y también sus propiedades de resistencia a la penetración (Microdureza).

MATERIAL.

Acero Inoxidable Austenítico AISI 304 con la siguiente especificación :

TUBO SA-358 TP 304 CL-QC DIAMETRO 16" CEDULA 20
LONGITUD 270 mm.

EQUIPO Y REACTIVOS.

- 1- Microscopio Optico Versamet
- 2- Juego de Lijas 180,320,400,600. Paño y Alumina.
- 3- Reactivos : Agua Regia.
- 4- Microdurómetro Marca SHIMATZU.

DESARROLLO EXPERIMENTAL Y RESULTADOS.

El acero utilizado en este estudio fue obtenido de una tubería de la Central Nucleoeléctrica de Laguna Verde con la siguiente especificación : Tubo SA-358 TP 304 CL-QC diámetro 16” .

El procedimiento de soldadura aplicado, así como las condiciones utilizadas y el metal de aporte fueron realizados de acuerdo a la normativa. Se tomaron fotografías de la sección del tubo completo en el estado de llegada (figura 1), la sección lateral con dos soldaduras circunferenciales aparece en la figura 2. La zona externa con tres soldaduras longitudinales unidas a las circunferenciales aparece en la figura 3. La zona interna del tubo se muestra en la figura 4. Para su estudio total se dividió el tubo en secciones, en la figura 5 se muestra la zona 1 con una soldadura longitudinal que intercepta una soldadura transversal observándose algunas indentaciones en el material base. En la figura 6, se aprecia la zona 2 con la soldadura circunferencial unida a la soldadura longitudinal.

CARACTERIZACION MICROESTRUCTURAL.

Para revelar la microestructura se cortaron secciones de 1 cm^2 , se desbastaron y pulieron a espejo y después se atacaron con agua regia. La microestructura del metal base aparece en la figura 7 a una magnificación de 100X, esta corresponde a una estructura de grano austenítico característico del acero inoxidable 304. La zona afectada por el calor y la soldadura a una magnificación de 50X se observa en la figura 8, donde aparecen algunas indentaciones de la microdureza, varios precipitados e inclusiones que coexisten en las tres zonas(material base, zona afectada por el calor(ZAC), soldadura) apreciándose mejor en el metal base. La microestructura de la soldadura aparece en la figura 9 a una magnificación de 200X, en ella se observa la ferrita, la fase austenita y precipitados de diferente tamaño. A una magnificación de 50X la figura 10 muestra una micrografía en la parte de la soldadura con un bandeado causado por los disturbios de la solidificación del aporte de la soldadura. También se aprecia un bandeado en el material base debido al proceso termomecánico de fabricación del tubo. La figura 11 muestra la misma área a una mayor magnificación(100X). La estructura de solidificación identificada como una estructura dendrítica, se forma creciendo directamente del anterior paso de soldadura. En estas micrografías no se distingue con detalle la microestructura de la zona afectada por el calor, en este caso sería necesario un análisis por Microscopía electrónica de barrido para la mejor detección de las modificaciones microestructurales en esa zona.

MICRODUREZA

Se realizaron medidas de MICRODUREZA VICKERS (Hv) en un Microdurómetro marca SHIMATZU en el metal base, en la vecindad de la soldadura y en la soldadura, aplicando una carga de 50 gr. durante 10 seg., los valores obtenidos se muestran en la figura 12, para dos zonas diferentes de ensayo(M1 y M2). Los datos obtenidos del ensayo de microdureza

fueron graficados en términos de la distancia entre huellas, 500 micras en el metal base y de 250 micras en la ZAC y la Soldadura. La figura 12 representa los valores de microdureza en función de la distancia del metal base hacia la zona de fusión, en ella se observa una tendencia descendente en los valores, encontrándose los valores más bajos en la soldadura. Sin embargo, este comportamiento es diferente para otras zonas de la tubería (1).

TAMAÑO DE GRANO

La muestra fue preparada de acuerdo con la norma ASTM-E3 (Método para la preparación metalográfica de especímenes). Para revelar la microestructura de la superficie del tubo se utilizó agua regia y se tomaron micrografías a una magnificación de 100X (figura 7). Se aplicó el procedimiento ASTM E112-88 para la estimación del tamaño de grano encontrándose en promedio (norma ASTM-E29) un valor correspondiente al No. 4, es decir 0.090 mm.

CONCLUSIONES.

- La caracterización microestructural y microdureza que fue realizada en la Soldadura, ZAC y Metal Base de la tubería de Acero Inoxidable 304 de la CLV, revela la microestructura correspondiente a un acero inoxidable austenítico AISI 304.
- El comportamiento de la Microdureza presenta una tendencia descendente en sus valores, del metal base a la soldadura. La gradual pérdida de dureza en la soldadura podría deberse a la eliminación de fases metaestables de endurecimiento y al probable crecimiento y formación de precipitados.
- Se determinó el tamaño del grano austenítico en el metal base de acuerdo al procedimiento E112-88 resultando un tamaño de grano ASTM de 4 correspondiente a 0.090 mm.

BIBLIOGRAFIA CONSULTADA.

- 1.- "Standar Test Method for Microhardness of Materials" Designation : E 384-89.
- 2.- "Characterization Austenitic Stainless Steel Pipe Welds After Prolonged Power Plant Exposure". H.änninen, P.Aaltonen, P.Nenonen, R.Jargelius, and B. Lehtinen. Corrosion-February 1992.
- 3.- " Aceros Inoxidables y Aceros Resistentes al Calor ", Propiedades, Transformaciones y Normas. Adrián Inchaurreza Zabala, Editorial Limusa, México.

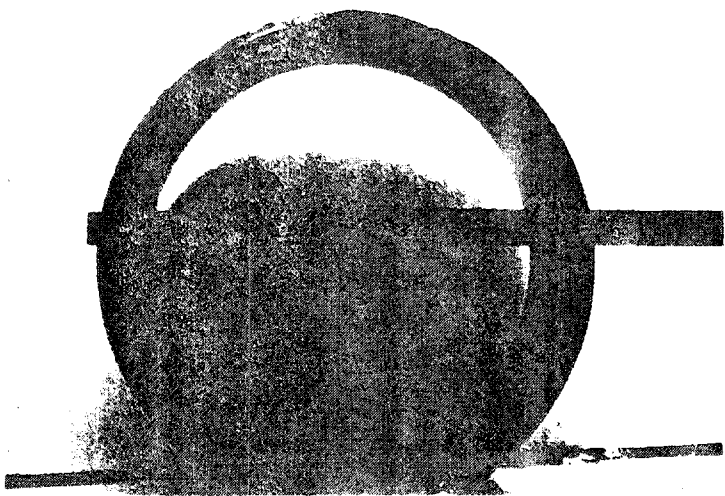


FIGURA 1
Vista Frontal de la Sección del tubo SA 304 TP 304 Cl-OC

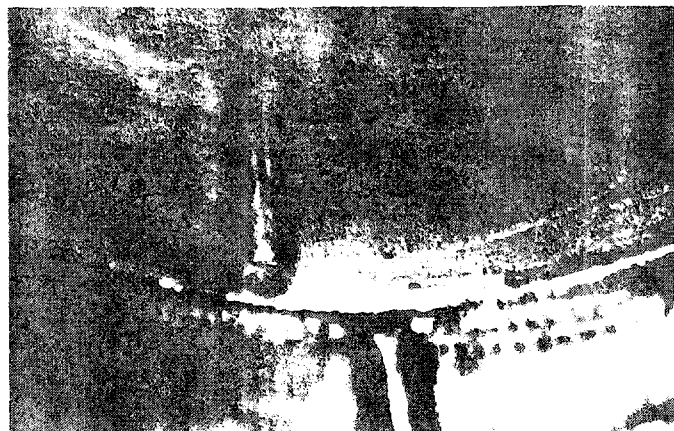


FIGURA 4
Sección interna del tubo de Laguna Verde

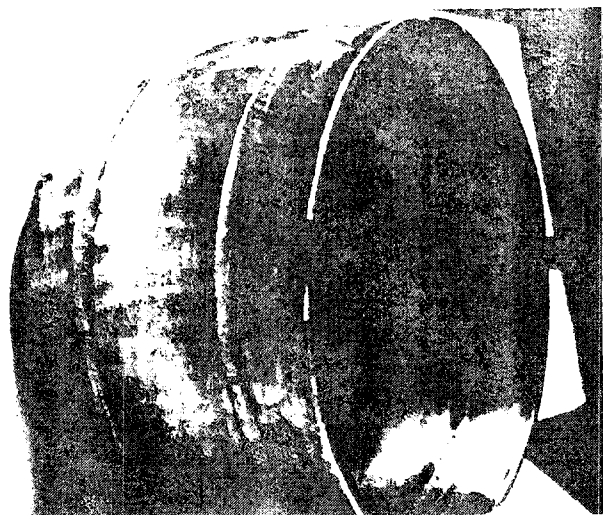


FIGURA 2
Vista lateral de la sección del tubo de Laguna Verde



FIGURA 5
Soldadura longitudinal, zona 1.

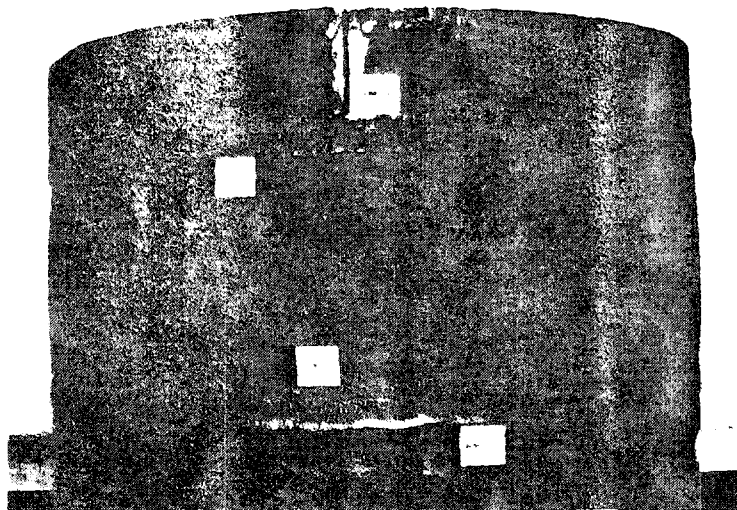


FIGURA 3
Sección transversal del tubo de Laguna Verde

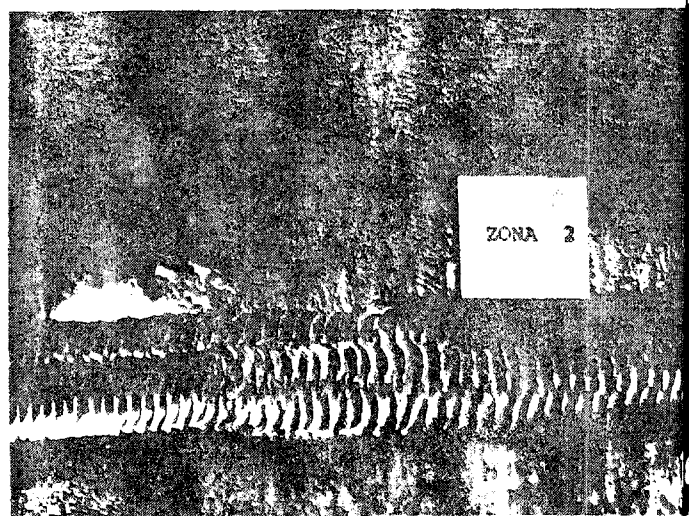


FIGURA 6
Soldadura circunferencial, zona 2

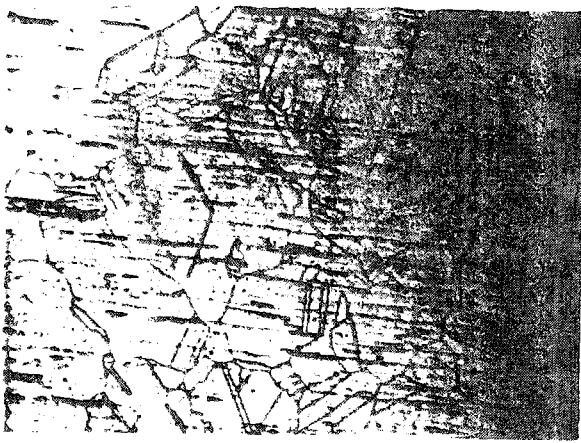


FIGURA 7
Metal base reactivo de ataque: Agua Regia
Magnificación: 100X



FIGURA 9
Soldadura reactivo de ataque: Agua regia
Magnificación 200X



FIGURA 8
Metal base zona afectada por el calor y soldadura
Magnificación 50X

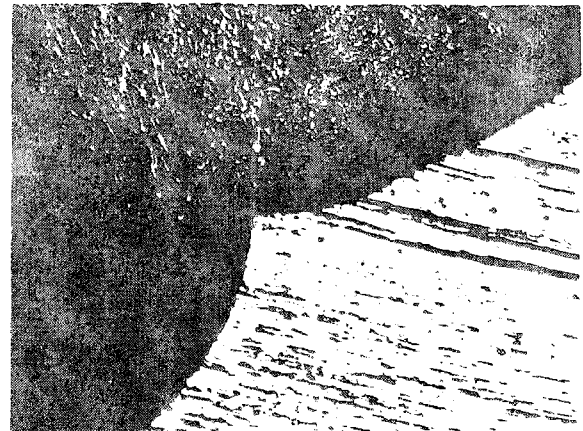


FIGURA 10
Interseccion metal base ZAC y soldadura
Magnificación 50X

ACERO INOXIDABLE 304

MICRODUREZA

FIGURA 12

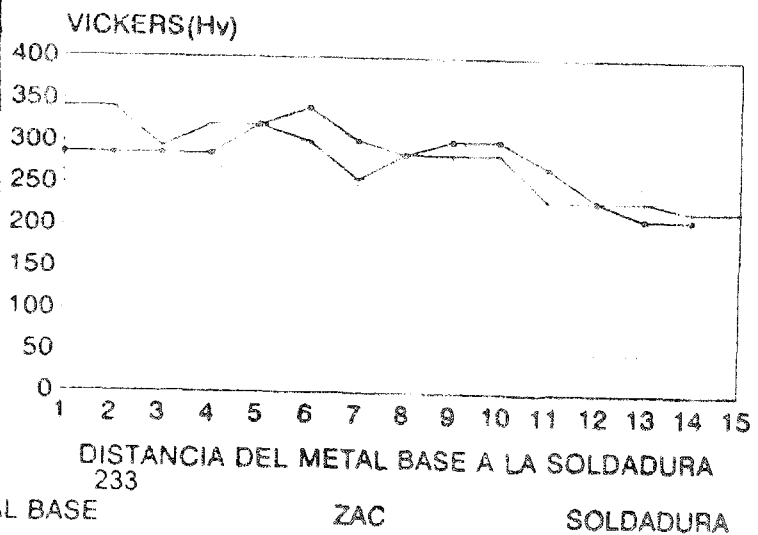


FIGURA 11
Interfase metal base ZAC y soldadura
Magnificación 100x